

HÚSIPARI TERMÉKEK KLORIDTARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSA IONSZELEKTÍV ELEKTRÓDDAL

POLÁK ARANKA*

Az élelmiszer analitikában és így a minőségvizsgáló laboratóriumokban az egyik leggyakoribb vizsgálat a konyhasótartalom meghatározása, mely gyakorlatilag a kloridion mérése.

A nátrium-klorid az élelmiszeripar egyik igen fontos adalékanyaga, mely konserválószerként és ízesítőként nyer felhasználást. A felhasznált só mennyiségét, illetve a termékek sótartalmát a gyártástechnológia és a szabványok határozzák meg.

NaCl-TARTALOM MEGHATÁROZÁS LEHETŐSÉGEI

1. *Térfogatos elemzésen alapuló módszerek*

Ezen módszerek körébe tartozik az argentometria és a merkurimetria. Mohr szerint a kloridtartalmú oldatot kálium-kromát jelenlétében ezüstnitrát-oldattal titráljuk. A Volhard szerinti eljárás közvetett módszer, ahol a meghatározandó kloridiont tartalmazó oldathoz ezüstnitrát mérőoldatot adunk és az ezüstnitrát feleslegét ammónium-rodanid mérőoldattal vas (III)-só jelenlétében visszatitráljuk. A módszert ott alkalmazhatjuk előnyösen, ahol az oldatot valamilyen oknál fogva nem közömbösíthetjük. A merkurimetriás eljárás az egyszerű kivitelezhetőség szempontjából az argentometriás eljárásokkal szemben egyszerűbb, a higany (II)-nitrát fényre nem érzékeny. A kloridinokat tartalmazó oldathoz jól disszociáló higany (II)-só-oldatot adva, vízben alig disszociáló higany (II)-klorid keletkezik, miközben a kloridionok az oldatból reakcióba lépnek (1, 2, 6, 7).

2. *Elektrokémiai módszerek a sótartalom meghatározására*

A sótartalom meghatározása elvégezhető potenciometrikus titrálással is. A potenciometrikus titrálásokat két csoportra oszthatjuk, közvetlen koncentráció mérésen alapuló (pl. ionszelektív membrán-elektród) és a potenciometriás titráláson alapuló (melynek során megfelelő mérőoldattal titrálva a kérdéses iont az indikátorelektród potenciáljának vagy a galvánelem elektromotoros erejének változása jelzi) meghatározásokra.

A kloridion meghatározással számos kutató foglalkozott. Nagesvaroro és Babel, Krzimirsky, Bartol és Landmann, Kaskovics és Schumann végeztek összehasonlító vizsgálatokat kloridtartalom meghatározásokra (3, 4, 5, 8, 9, 10).

* Kémia Tanszék

VIZSGÁLATI MÓDSZEREK, EREDMÉNYEK

Tanszékünkön összehasonlító méréseket végeztünk a szabványban leírt és az ion-selektív membrán-elektróddal történő kloridtartalom meghatározás között. A minták főbb kémiai jellemzőit a nedvességtartalmat, zsírtartalmat és fehérjetartalmat a vonatkozó szabványok szerint határoztuk meg. Vizsgálati eredményeinket az 1. táblázat szemlélteti.

(A táblázatokban összefoglalt eredmények 15-15 párhuzamos mérés átlagértékei.)

1. TÁBLÁZAT

Vizsgált minták főbb kémiai jellemzői

Minta neve	Nedvességtart. %	Zsírtart. %	Fehérjetart. %
Téliszalámi	27,50	47,00	19,50
Olasz felvágott	54,15	26,52	13,09
Vadász felvágott	64,07	15,41	14,05
Nyers füstölt kolbász	51,09	30,50	15,02
Nyári turista felvágott	37,23	39,10	19,03

KLORIDTARTALOM MEGHATÁROZÁS MSZ 5874/7—75 SZERINT

Az MSZ 5872 szerint vett minta mennyisége legalább 200 g legyen.

Minta előkészítése: a vizsgálandó mintát húsdarálón kétszer ledaráljuk, majd homogenizáljuk. A mintából ezután mg pontossággal kb. 10 g-ot mérünk be egy 250 cm³-es Erlenmeyer lombikba.

Fehérjementesítés: a homogenizált, előkészített mintához hozzáadunk 0,5 g aktív szenet és 100 cm³ forró desztillált vizet, majd a lombikot 15 percre forrásban lévő vízfürdőre helyezzük, közben néhányszor összerázzuk. Ezután a lombik tartalmát szobahőmérsékletre hűtjük, majd hozzáadunk 2 cm³ 0,25 n kálium-ferrocianid oldatot és ezt követően 2 cm³ 1 n cink-acetát oldatot (mely literenként 30 cm³ jégecetet tartalmaz). Mindkét oldat hozzáadása után a lombik tartalmát alaposan összekeverjük, majd szobahőmérsékleten 30 percig állni hagyjuk, ezután maradék nélkül 200 cm³-es mérőlombikba mossuk, desztillált vízzel jelig töltjük.

Alapos összekeverés után a mérőlombik tartalmát redős szűrőpapíron leszűrjük.

A vizsgálat végrehajtása: a szűrletből 20 cm³-t pipettával bemérünk egy 250 cm³-es Erlenmeyer lombikba és hozzáadunk 5 cm³ 4 n salétromsavat és 1 cm³ telített vas (III)-ammónium-szulfát oldatot. Ezután a lombik tartalmához hozzápipettázunk 20 cm³ 0,1 n ezüst-nitrát oldatot és mérőhengerrel kimért 3 cm³ 4 n nitrobenzolt, majd a kivált csapadék koagulálódásának elősegítése céljából alaposan összerázzuk. A lombik tartalmát ezután 0,1 n káliumrodanid mérőoldattal megtitrljuk.

A vizsgálat eredménye két párhuzamos meghatározás számtani középértéke.

Eredmény kiszámítása: a vizsgált minta kloridtartalmát nátrium-klorid tömegszázalékban kifejezve a következő képlettel számítjuk ki:

$$\text{NaCl}(\%) = 0,005844(20 \cdot f_1 - V \cdot f_2) \cdot \frac{1000}{M}$$

f_1 : a bemért 0,1 n ezüstnitrát mérőoldat faktora,

V : a titrálásra fogyott 0,1 n kálium-rodanid mennyisége (cm³),

f_2 : a 0,1 n kálium-rodanid faktora,

M : a bemért minta tömege (g),

0,005844: az 1 cm³ 0,1 n ezüst-nitrát mérőoldatnak megfelelő nátrium-klorid mennyisége g-ban.

A mérés pontossága: a két párhuzamos mérés eredménye között megengedett eltérés legfeljebb 0,2 g nátrium-klorid 100 g mintára számítva.

A párhuzamos mérések eredményeit a 2. táblázat tartalmazza.

2. TÁBLÁZAT

Sótartalom szabvány szerinti meghatározása

Termék neve	NaCl-tartalom, %
Téliszalámi	4,37
Nyers füstöltkolbász	2,46
Nyári turista felvágott	2,96
Vadász felvágott	2,55
Olasz felvágott	2,15

KLORIDMEGHATÁROZÁS IONSZELEKTÍV MEMBRÁNELEKTÓD SEGÍTSÉGÉVEL

A minta előkészítése és fehérjementesítése az előzőekben leírtak szerint történik. A szűrlet elektromos erejét TITRI pH METER-rel mérjük és a kalibrációs egyenes segítségével megadjuk a só tartalmat.

KALIBRÁCIÓS EGYENES MEGHATÁROZÁSA

A sorozatvizsgálatok előtt minden esetben kalibrációs egyenest készítünk.

Analitikai tisztaságú NaCl-ból pontosan ismert koncentrációjú oldatsorozatot készítünk. A koncentráció intervallumot úgy választjuk meg, hogy az ionszelektív elektród méréstartományába essen. Ez 0,1—0,5 s %-os só tartalomnak felel meg. Megerőssítjük az oldatok elektromotoros erejét OP—Cl—7/11 C ionszelektív és kalomel elektród alkalmazásával. A visszakeresés biztonsága érdekében az egyenest $M_v = f/l$ g fejezzük ki.

Eredményeinket a 3. táblázat mutatja.

Matematikai számítással meghatározzuk az egyenes egyenletét.

3. TÁBLÁZAT

Kalibrációs egyenes meghatározásához mérések

Mérések száma	Sókoncentráció (g/100 g)				
	0,0932	0,2015	0,2957	0,4122	0,4863
	Elektromos erő (mV)				
1.	—89	—86	—82	—77	—65
2.	—92	—86	—81	—77	—68
3.	—91	—88	—81	—76	—64
4.	—89	—89	—82	—75	—65
5.	—89	—88	—82	—75	—65
6.	—91	—85	—83	—76	—66
7.	—90	—86	—83	—76	—65
8.	—90	—88	—81	—76	—63
9.	—91	—88	—83	—77	—65
10.	—89	—85	—83	—75	—64
Átlag:	—90	—87	—82	—76	—65

Az egyenes egyenlete:

$$Y = 100,4608 + 34,6325 \cdot \lg c$$

ahol $\lg c$ a kloridion koncentráció logaritmusa.

Meghatározzuk a korrelációs koefficiens értékét:

$$r = 0,9995$$

Látható, hogy az r értéke jól megközelíti az 1-et, így az eltérés nem szignifikáns.

A MÉRÉS REPRODUKÁLHATÓSÁGÁNAK VIZSGÁLATA

A módszer reprodukálhatóságának bizonyítására nagyszámú méréssorozatot végeztünk, melynek alapján a szórásértékek 0,10—0,12 közé estek.

A vizsgált minta kloridtartalmát nátrium-klorid tömegszázalékban a következő módon határoztuk meg. A hígítást kloridionra nézve úgy alakítottuk ki, hogy az ion-szelektív elektród méréstartományának lehetőleg lineáris szakaszába essen. Ez a 10 g mintára nézve 20-szoros hígításnak felel meg.

Tehát a kalibrációs egyenes segítségével meghatározott sótartalmat 20-al kell megszoroznunk, hogy 100 g termékre vonatkoztatva megkapjuk a sótartalmat s %-ban. A párhuzamos mérések átlagértékeit a 4. táblázat mutatja.

4. TÁBLÁZAT.

*Kloridtartalom meghatározása ionszelektív membrán
elektród alkalmazásával*

Termék neve	NaCl (%) ionszelektív elektróddal
Téliszalámi	4,43
Nyers füstölt kolbász	2,48
Nyári turista felvágott	3,04
Olasz felvágott	2,17
Vadász felvágott	2,66

ÖSSZEFOGLALÁS, ÉRTÉKELÉS

A kapott adatokból egyértelműen látható, hogy a potenciometrikus módszer eredményei kis mértékben, pozitív irányban térnek el a szabvány szerinti meghatározás eredményeitől. Véleményünk szerint a pozitív irányú eltérés a szabvány szerinti meghatározás szubjektív indikálásából ered.

Méréseink szerint közvetlenül a minta forró vízzel történő extrahálása után itt sem lehet megbízhatóan mérni az elektromotoros erőt, tehát fehérjementesíteni kell a mintát.

A potenciometrikus meghatározás előnyei:

- az eredmények pontosak, jól reprodukálhatók,
- a két módszer eredményei jól egyeznek,
- a vizsgálat nem igényel különösebb előkészítést,
- kiküszöböli a mérőoldatok készítéséből és azok faktorozásából eredő hibákat,
- a mérések időigénye kisebb mint a szabvány szerinti meghatározásé. Ez különösen ott jelent előnyt, ahol nagyszámú meghatározást kell elvégezni rövid idő alatt. Jól alkalmazható lenne pl. a gyártásközi ellenőrzéseknél,
- mivel minden gyári laboratórium rendelkezik pH-mérővel, így a méréshez a beruházási költség nem jelentős, viszont a titrimetriás meghatározás során felhasznált vegyszerek ára magas.

Megjegyezni kívánom, hogy a kalibrációs egyenest minden sorozatvizsgálat előtt célszerű meghatározni.

IRODALOM

1. *Erdey L.*: Bevezetés a kémiai analízisbe. Térfogatos analízis, Tankönyvkiadó, Bp., (1955.)
2. *Horváth—Tátrai*: Konzervkészítmények nátriumkloridtartalmának műszeres mérése, Konzerv- és Paprikaipar I., (1970.)
3. *Kacs Kovics—Schumann*: Kloridion meghatározása különböző élelmiszerek vizsgálatánál potenciometrikus titrálással. ÉVIKE, 14, 184, (1968)
4. *Havasi—Papp*: Anionok mérése. Magyar Kémiai Folyóirat, 74, 292, (1968.)
5. *Sváb J.*: Biometria módszerek a kutatásban. Mezőgazdasági Kiadó, Bp., (1973)
6. *Bátyai—id. Sarudi*: Élelmiszerek konyhasótartalmának merkurimetriás meghatározása. ÉVIKE, 12, 14, (1966.)
7. *Erdey—Mázor*: Analitikai kézikönyv. Műszaki Könyvkiadó, Bp., (1974.)
8. *Bányay—Búzás L-né*: Műszeres analízis. Elektrokémiai analitikai módszerek. Tankönyvkiadó, Bp., (1965.)
9. *Csányi—Farsang—Szakács*: Műszeres analízis. Tankönyvkiadó, Bp., (1969.)
10. *Pungor—Bányay*: Elektroanalitika I., Tankönyvkiadó, Bp., (1974.)

DETERMINATION OF CHLORIDE CONTENTS OF MEAT—INDUSTRY PRODUCTS WITH AN ION—SELECTIVE ELECTRODE

A. Polák

One of the most frequent examinations in food analysis and hence in quality control laboratories is determination of sodium chloride content, which in practice means measurement of the chloride ion.

After removal of proteins, the *e. m. f.* of a solution was measured with a chloride ion-selective electrode; the chloride content of the sample was obtained with the aid of a linear calibration plot.

This method requires less time than the standard method; it shows a good agreement with the latter; it is accurate; the results are well reproducible; it eliminates the errors arising from preparation and factorizing of the measuring solutions.

BESTIMMUNG DES CHLORIDGEHALTES IN FLEISCHINDUSTRIEPRODUKTEN MITTELS IONENSELEKTIVER ELEKTRODEN

A. Polák

In der Lebensmittelanalytik — und so in den Qualitätskontroll-Laboratorien — ist eine der häufigsten Untersuchung die Bestimmung des Kochsalzgehaltes, die praktisch eine Chloridmessung darstellt.

Verfasserin hat nach der Enteiweissung die elektromotorische Kraft der Lösung mit chlorid—ionenselektiver Elektrode gemessen und den Chloridgehalt der Probe mit Hilfe einer Kalibrationsgeraden angegeben.

Die Methode ist weniger zeitaufwendig als die Standard-Methode, zeigt eine gute Übereinstimmung mit derselben, ist genau, die Ergebnisse sind gut reproduzierbar, und eliminiert werden die sich aus der Herstellung und Faktorierung der Messlösungen ergebenden Fehler.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ХЛОРИДОВ ПРОДУКТОВ МЯСНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ ИОНОСЕЛЕКТИВНЫМ ЭЛЕКТРОДОМ

A. Полак

В аналитике пищевых продуктов, а, следовательно, и в лабораториях по их качественному анализу одним из наиболее распространенных является определение содержания поваренной, соли что практически представляет собой измерение содержания хлоридов.

После удаления белка автор измерял электромоторную силу раствора с помощью хлоридо-ионоselectивного электрода и на основании калибрационной прямой определял содержание хлоридов в пробе.

Этот метод является значительно быстрее, чем стандартный, даёт лишь незначительные отклонения от него, то есть довольно точен, результаты легко воспроизводимы, исключает ошибки, связанные с приготовлением мерных растворов и факторизацией.